

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-294222  
 (43)Date of publication of application : 09.10.2002

(51)Int.Cl. C09K 3/14  
 B24B 37/00

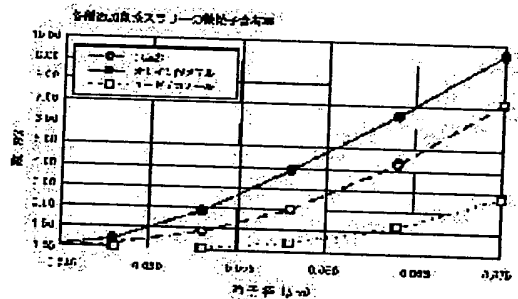
(21)Application number : 2001-095491 (71)Applicant : TOKYO MAGNETIC PRINTING CO LTD  
 (22)Date of filing : 29.03.2001 (72)Inventor : ORII KAZUYA  
 SAITO ISAO  
 SUZUKI YASUYUKI

## (54) FREE ABRASIVE GRAIN SLURRY COMPOSITION

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To prevent deterioration in surface characteristics caused by sticking of a polishing material particle to a soft material portion when a material having a soft material portion is polished with a free abrasive grain slurry composition.

SOLUTION: The free abrasive grain slurry composition comprises as a sticking-preventing agent at least one selected among alcohols and compounds having an alcoholic hydroxy group in one molecule or at least one selected among fatty acids and compounds having a carboxy group in one molecule.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision]

decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-294222

(P2002-294222A)

(43) 公開日 平成14年10月9日 (2002. 10. 9)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テマコード* (参考)
C 0 9 K 3/14	5 5 0	C 0 9 K 3/14	5 5 0 M 3 C 0 5 8
B 2 4 B 37/00		B 2 4 B 37/00	5 5 0 J
			H

審査請求 未請求 請求項の数12 O L (全 12 頁)

(21) 出願番号 特願2001-95491(P2001-95491)

(22) 出願日 平成13年3月29日 (2001. 3. 29)

(71) 出願人 390027443

東京磁気印刷株式会社

東京都台東区台東1丁目5番1号

(72) 発明者 折井 一也

東京都台東区台東一丁目5番1号東京磁気  
印刷株式会社内

(72) 発明者 齋藤 軍夫

東京都台東区台東一丁目5番1号東京磁気  
印刷株式会社内

(74) 代理人 100067817

弁理士 倉内 基弘 (外1名)

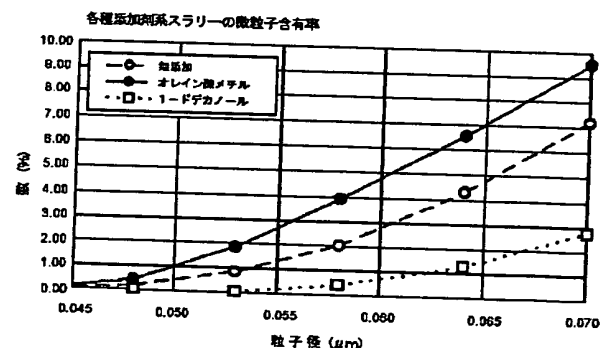
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 遊離砥粒スラリー組成物

(57) 【要約】

【課題】 軟質材料部分を有する材料を遊離砥粒スラリー組成物で研磨する際に、軟質材料部分への研磨材粒子の突き刺しを生じ、表面性状を低下させた。

【解決手段】 突き刺し防止剤としてアルコールまたは一分子内中にアルコール性水酸基を有する化合物を少なくとも一種類以上、又は脂肪酸または一分子内中にカルボキシル基を有する化合物を少なくとも一種類以上含有させた遊離砥粒スラリー組成物。



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 全面または一部に軟質材料部分を有する単一又は複合材料を研磨加工するための遊離砥粒スラリー組成物であって、該軟質材料部分への研磨材粒子の突き刺さり防止剤を少なくとも一種類以上含有することを特徴とする遊離砥粒スラリー組成物。

【請求項 2】 前記突き刺さり防止剤としてアルコールまたは一分子内中にアルコール性水酸基を有する化合物を少なくとも一種類以上含有することを特徴とする請求項 1 に記載の遊離砥粒スラリー組成物。

【請求項 3】 前記突き刺さり防止剤として脂肪酸または一分子内中にカルボキシル基を有する化合物を少なくとも一種類以上含有することを特徴とする請求項 1 に記載の遊離砥粒スラリー組成物。

【請求項 4】 前記軟質材料部分への研磨材粒子の突き刺さり防止剤としてアルコール性水酸基を有する化合物が構造式 (I)

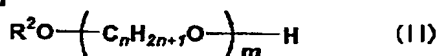
【化 1】



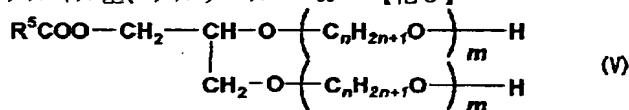
( $R^1$ は炭素数 4～18 であるアルキル基、アルケニル基、アルキニル基、アリール基) で表される 1～3 級アルコールである請求項 2 に記載の遊離砥粒スラリー組成物。

【請求項 5】 前記軟質材料部分への研磨材粒子の突き刺さり防止剤としてのアルコール性水酸基を有する化合物が構造式 (II)

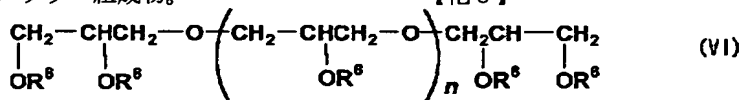
【化 2】



( $R^2$ は炭素数 1～18 であるアルキル基、アルケニル



( $R^5$ は炭素数 8～18 であるアルキル基、アルケニル基、 $n$ は 2 から 4、 $m$ は 1 から 4) で表されるポリオキシアルキレングリセリン脂肪酸エステル化合物である請求項 2 に記載の遊離砥粒スラリー組成物。

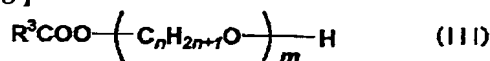


( $R^6$ は水素または炭素数 8～18 であるアシル基、 $n$ は 0 から 8) で表されるポリグリセリン脂肪酸エステル化合物である請求項 2 に記載の遊離砥粒スラリー組成物。

基、アルキニル基、アリール基、 $n$ は 2 から 4、 $m$ は 1 から 4) で表されるアルコキシアルコールおよびポリオキシアルキレンモノエーテル化合物である請求項 2 に記載の遊離砥粒スラリー組成物。

【請求項 6】 前記軟質材料部分への研磨材粒子の突き刺さり防止剤としてのアルコール性水酸基を有する化合物が構造式 (III)

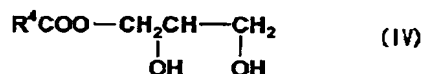
【化 3】



( $R^3$ は炭素数 1～18 であるアルキル基、アルケニル基、 $n$ は 2 から 4、 $m$ は 1 から 4) で表されるアルキレングリコールモノエステルおよびポリオキシアルキレンモノエステル化合物である請求項 2 に記載の遊離砥粒スラリー組成物。

【請求項 7】 前記軟質材料部分への研磨材粒子の突き刺さり防止剤としてのアルコール性水酸基を有する化合物が構造式 (IV)

【化 4】



( $R^4$ は炭素数 8～18 であるアルキル基、アルケニル基、 $n$ は 2 から 4、 $m$ は 1 から 4) で表されるグリセリン脂肪酸エステル化合物である請求項 2 に記載の遊離砥粒スラリー組成物。

【請求項 8】 前記軟質材料部分への研磨材粒子の突き刺さり防止剤としてのアルコール性水酸基を有する化合物が構造式 (V)

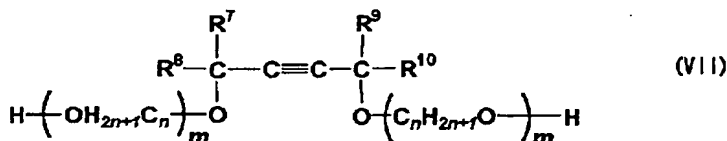
【化 5】

【請求項 9】 前記軟質材料部分への研磨材粒子の突き刺さり防止剤としてのアルコール性水酸基を有する化合物が構造式 (VI)

【化 6】

【請求項 10】 前記軟質材料部分への研磨材粒子の突き刺さり防止剤としてのアルコール性水酸基を有する化合物が構造式 (VII)

【化 7】



( $\text{R}^7$ 、 $\text{R}^8$ 、 $\text{R}^9$ 、 $\text{R}^{10}$  はアルキル基、アルキルアリー  
ル基、 $n=2\sim 4$ 、 $m=0\sim 6$ ) で表されるアセチレン  
グリコール化合物である請求項 2 に記載の遊離砥粒スラ  
リー組成物。

【請求項 11】 前記軟質材料部分への研磨材粒子の突  
き刺さり防止剤としてのカルボキシル基を有する化合物  
が構造式 (VIII)

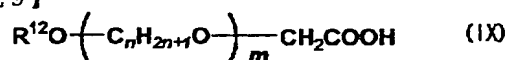
【化 8】



( $\text{R}^{11}$  は炭素数 6～18 であるアルキル基、アルケニ  
ル基、アルキニル基、アリール基) で表される脂肪酸で  
ある請求項 3 に記載の遊離砥粒スラリー組成物。

【請求項 12】 前記軟質材料部分への研磨材粒子の突  
き刺さり防止剤としてのカルボキシル基を有する化合物  
が構造式 (IX)

【化 9】



( $\text{R}^{12}$  は炭素数 1～18 であるアルキル基、アルケニ  
ル基、アルキニル基、アリール基、 $n$  は 2 から 4、 $m$  は 1  
から 7) で表されるポリオキシアルキレンモノアルキ  
ルエーテルカルボン酸化合物である請求項 3 に記載の遊  
離砥粒スラリー組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、全部又は一部に軟  
質材料部分を有する単一又は複合材料のラッピングおよ  
びポリッシング加工で発生する軟質材料部分への研磨材  
粒子の突き刺さりを防止しながら加工する工程で使用す  
るのに適した遊離砥粒スラリー組成物に関するものであ  
る。

【0002】

【従来の技術】近年、光学部品、電子部品や精密機械部  
品などに対して、益々高性能化、高機能化が要求されて  
きており、使用される材料も金属結晶材料、セラミッ  
クス、ガラス、プラスチックと非常に多岐にわたってい  
る。このような部品の製造工程の一つとして、少なくとも  
一部に軟質材料を含む硬度の異なる複数の材料から構成  
される複合材料の研磨が増加してきている。複合材料の  
研磨加工の一例として、電子部品に関してはハードディ  
スク基板の Ni-P メッキ層のテクスチャリング加工や  
LSI の多層配線工程における配線金属と層間絶縁膜と  
の均一加工、光学部品ではフェルールと呼ばれるジルコ  
ニア系セラミックスとファイバー部のコアと呼ばれる石  
英ガラス、グラッドと呼ばれるフッ素系樹脂との複合材

料である光ファイバーコネクタ端面研磨などが挙げられ  
る。

【0003】コンピュータの記録媒体であるハードデ  
ィスクドライブは年々その記録密度の向上が図られてい  
る。高記録密度を達成する手段の一つとして、ハードデ  
ィスクと磁気ヘッドの浮上隙間を狭め、ディスクとヘッ  
ド間のスペーシングを低減させる、つまりヘッドの低浮  
上化が試みられている。ハードディスクドライブに搭載  
されている磁気ヘッドは、薄膜型磁気ヘッドが主流であ  
り、インダクティブ型、記録再生素子に MR (Magnet  
Resistance: 磁気抵抗素子) を用いた  
MR-インダクティブ複合型、さらには GMR (Giant  
MR: 巨大磁気抵抗素子) を用いたものなどがあ  
る。これら薄膜型磁気ヘッドは、アルチク ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ -  
TiC) などの基材と、アルミナ ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) な  
どの保護/絶縁膜なるセラミックスおよびより軟質のパ  
ーマロイ (Fe-Ni)、センダスト (Fe-Al-Si) などの磁性材料である金属膜等による複合材料で構  
成されている。

【0004】従来の遊離砥粒スラリーを用いて薄膜型磁  
気ヘッドの ABS (Air Bearing Surface: ABS (空気浮上面)) の研磨加工における最  
も重要な問題点の一つとして、被研磨物の選択研磨が挙  
げられる。薄膜型磁気ヘッドは、硬質材料であるアルチ  
クおよびアルミナなどのセラミックスと軟質材料である  
パーマロイおよびセンダストなどの磁性材料である金  
属膜等による複合材料で構成されているため、材料間の  
硬度の違いにより軟質材料であるパーマロイやセンダ  
ストなどの金属膜が選択的に加工され、セラミックスか  
らなる ABS より磁極部などの金属膜を後退させること  
になり、記録媒体との磁気間隔を増大させるポールチッ  
プリセッション (Pole Tip Recession: PTR) が発生し、実質的なヘッドの浮上量を増加  
させてしまうと言った問題点があった。また、アルチ  
ク/アルミナ間においても材料間の硬度差により選択研  
磨が生じると言った問題点があった。

【0005】そこで、このような選択研磨を回避するた  
めに、遊離砥粒スラリーに選択研磨防止剤を入れて高精  
度の研磨面を達成することが例えば、特開平 11-302  
636 や特願平 10-255022、特開 2000-8  
7011 号、特開 2000-351959 号、特開 20  
01-31954 号公報によって提案されている。

【0006】しかしながらその一方で、薄膜型磁気ヘッ  
ドの ABS の研磨加工において、軟質材料であるパー  
マロイやセンダストなどの金属膜に研磨材粒子が突き刺さ

り、その後も金属膜上に残存してしまうと言った問題がある。ハードディスクの記録密度の向上に伴いヘッドの低浮上化が試みられているため、ハードディスクドライブ使用時に突き刺さった研磨材粒子が脱離してハードディスク上に落下してしまうことにより浮上不安定やヘッドクラッシュを引き起こしたり、メディア面を損傷して後発ディフェクトをもたらす可能性があり深刻な問題である。しかしながら、これまでにこのような、硬度の異なる複数の異硬度材料から構成される複合材料のラッピングおよびポリッシング加工で発生する軟質材料部分への研磨材粒子の突き刺さりの防止を目的とした遊離砥粒スラリー組成物についてはあまり検討されていない。

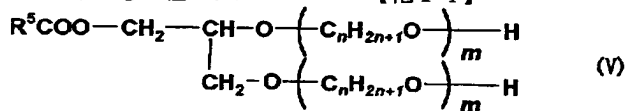
【0007】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、異種硬度材料で構成される複合材料、特に薄膜型磁気ヘッドの研磨加工時において、軟質材料部分への研磨材粒子の突き刺さりを防止しながら加工するのに適した遊離砥粒スラリー組成物であって、高研磨面品位を得ることを目的とした遊離砥粒スラリー組成物を提供する。

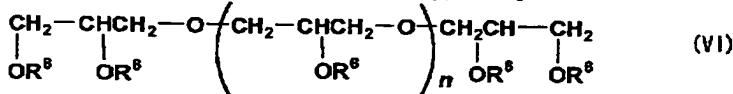
【0008】

【課題を解決するための手段】薄膜型磁気ヘッドの研磨加工時において、軟質材料である金属膜部分に突き刺さる研磨材粒子は、0.05ミクロン以下の微粒子成分である。本発明の異硬度材料の研磨における軟質材料への研磨材粒子の突き刺さり防止剤として、アルコール性水酸基あるいはカルボキシル基を有する化合物を使用した場合、これらの極性効果により遊離砥粒スラリーに使用される研磨材粒子に含まれる微粒子の分散安定性が抑制され、定盤や被研磨物の軟質材料部分に突き刺さることなく排除されるため、軟質材料部分への研磨材粒子の突き刺さりの防止が可能になる。また、軟質材料部分と硬質材料部分を有する複合部材に限らず従来突き刺さりを防止できなかった複数の軟質材料部分を有する複合体でも、或いは単一の軟質材料体でも本発明は同様な効果を発揮することは明らかである。

【0009】本発明の遊離砥粒スラリー組成物は、研磨材粒子、分散媒、分散剤および少なくとも一種のアルコ



(R<sup>5</sup>は炭素数8～18であるアルキル基、アルケニル基、nは2から4、mは1から4)で表されるポリオキシアルキレングリセリン脂肪酸エステル化合物である上



(R<sup>6</sup>は水素または炭素数8～18であるアシル基、nは0から8)で表されるポリグリセリン脂肪酸エステル

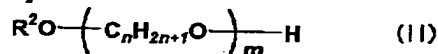
ール性水酸基を有する化合物あるいはカルボキシル基を有する化合物並びに任意に分散剤を含む遊離砥粒スラリー組成物である。より具体的には、前記研磨材粒子の突き刺さり防止剤としてアルコール性水酸基を有する化合物が構造式(I)

【化10】



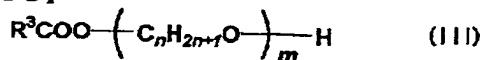
(R<sup>1</sup>は炭素数4～18であるアルキル基、アルケニル基、アルキニル基、アリール基)で表される1～3級アルコールである上記の遊離砥粒スラリー組成物又は、前記水酸基を有する化合物が構造式(II)

【化11】



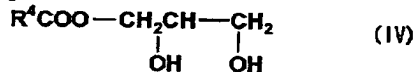
(R<sup>2</sup>は炭素数1～18であるアルキル基、アルケニル基、アルキニル基、アリール基、nは2から4、mは1から4)で表されるアルコシアルアルコールおよびポリオキシアルキレンモノエーテル化合物である上記の遊離砥粒スラリー組成物、又は、前記水酸基を有する化合物が構造式(III)

【化12】



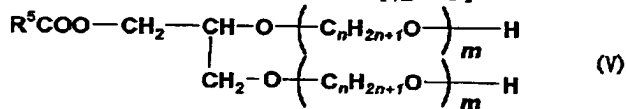
(R<sup>3</sup>は炭素数1～18であるアルキル基、アルケニル基、nは2から4、mは1から4)で表されるアルキレングリコールモノエステルおよびポリオキシアルキレンモノエステル化合物である上記の遊離砥粒スラリー組成物、又は前記水酸基を有する化合物が構造式(IV)

【化13】



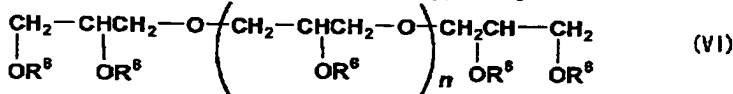
(R<sup>4</sup>は炭素数8～18であるアルキル基、アルケニル基、nは2から4、mは1から4)で表されるグリセリン脂肪酸エステル化合物である上記の遊離砥粒スラリー組成物、前記水酸基を有する化合物が構造式(V)

【化14】



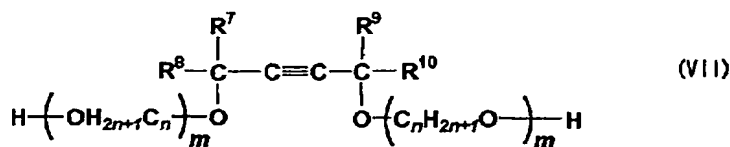
記の遊離砥粒スラリー組成物、又は前記水酸基を有する化合物が構造式(VI)

【化15】



化合物である上記の遊離砥粒スラリー組成物、又は前記水酸基を有する化合物が構造式(VII)

【化16】



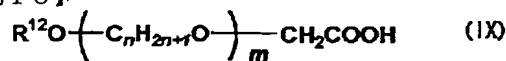
( $\text{R}^7$ 、 $\text{R}^8$ 、 $\text{R}^9$ 、 $\text{R}^{10}$  はアルキル基、アルキルアリー  
ル基、 $n=2\sim 4$ 、 $m=0\sim 6$ ) で表されるアセチレン  
グリコール化合物である上記の遊離砥粒スラリー組成  
物、又は前記カルボキシル基を有する化合物が構造式  
(VIII)

【化17】



( $\text{R}^{11}$  は炭素数6～18であるアルキル基、アルケニ  
ル基、アルキニル基、アリール基) で表される脂肪酸で  
ある上記の遊離砥粒スラリー組成物、又は、前記カルボ  
キシル基を有する化合物が構造式 (IX)

【化18】



( $\text{R}^{12}$  は炭素数1～18であるアルキル基、アルケニ  
ル基、アルキニル基、アリール基、 $n$  は2から4、 $m$  は1  
から7) で表されるポリオキシアルキレンモノアルキ  
ルエーテルカルボン酸化合物である上記の遊離砥粒スラ  
リー組成物である。

【0010】

【発明の実施の形態】 上記のように、本発明になる遊離  
砥粒スラリー組成物は、研磨材粒子の突き刺さり防止剤  
としてのアルコール性水酸基を有する化合物あるいはカル  
ボキシル基を有する化合物、分散媒及び研磨材粒子並  
びに任意に界面活性剤等の分散剤によって構成される。

【0011】 本発明に使用するアルコール性水酸基を有  
する化合物には、アルコール、アルコキシアルコール、  
ポリオキシアルキレンモノエーテル化合物、アルキレン  
グリコールモノエステル、ポリオキシアルキレンモノエ  
ステル化合物、グリセリン脂肪酸エステル化合物、ポリ  
オキシアルキレングリセリン脂肪酸エステル化合物およ  
びアセチレングリコール化合物などがある。

【0012】 本発明に用いられるアルコール性水酸基を  
有する化合物は、アルコールとしては、式

【化19】

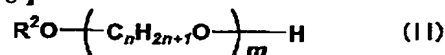


( $\text{R}^1$  は炭素数4～18であるアルキル基、アルケニ  
ル基、アルキニル基、アリール基) で表される1～3級ア  
ルコールであり、その具体例としては1-ブタノール、  
イソブタノール、2-ブタノール、tert-ブタノール、  
1-ペンタノール、2-ペンタノール、3-ペン  
タノール、tert-アミルアルコール、1-ヘキサノ  
ール、2-ヘキサノール、3-ヘキサノール、1-ヘプ  
タノール、2-ヘプタノール、3-ヘプタノール、4-ヘ

ブタノール、1-オクタノール、2-オクタノール、3  
-オクタノール、4-オクタノール、2-エチル-1-  
ヘキサノール、 $n$ -デカノール、 $n$ -ドデカノール、 $n$ -  
テトラデカノール、 $n$ -ヘキサデカノール、 $n$ -オク  
タデカノールなどが挙げられるが、1-デカノール、1  
-ドデカノール及び1-テトラデカノールが好ましい。

【0013】 本発明に用いられるアルコキシアルコール  
およびポリオキシアルキレンモノエーテル化合物として  
は、式

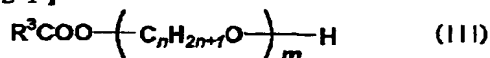
【化20】



( $\text{R}^2$  は炭素数1～18であるアルキル基、アルケニ  
ル基、アルキニル基、アリール基、 $n$  は2から4、 $m$  は1  
から4) で表される多価アルコールのモノエーテル化  
合物である。その具体例としては2-エトキシエタノ  
ール、2- $n$ -プロポキシエタノール、2-イソプロポキ  
シエタノール、2-ブトキシエタノール、2-イソブト  
キシエタノール、2-(ヘキシルオキシ)エタノール、  
2-(ドデシルオキシ)エタノール、2-フェノキシエ  
タノール、2-[2-(ドデシルオキシ)エトキシ]エ  
タノール、2-[2-(テトラデシルオキシ)エトキ  
シ]エタノール、ポリエチレングリコール(2)モノオ  
レイルエーテル(POE(2)モノオレイルエー  
テル)、ポリオキシエチレン(2)モノオクチルフェニ  
ルエーテル(POE(2)モノオクチルフェニルエー  
テル)、ポリオキシエチレン(2)モノニルフェニルエ  
ーテル(POE(2)モノニルフェニルエーテル)な  
どが挙げられるが、特にポリオキシエチレン(2)モノ  
ニルフェニルエーテルが好ましい。

【0014】 本発明に用いられるアルキレングリコール  
モノエステルおよびポリオキシアルキレンモノエステル  
化合物としては、式

【化21】

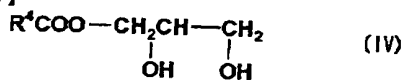


( $\text{R}^3$  は炭素数1～18であるアルキル基、アルケニ  
ル基、 $n$  は2から4、 $m$  は1から4) で表されるアルキ  
レングリコールモノエステルおよびポリオキシアルキ  
レンモノエステル化合物である。その具体例としてはモノ  
ラウリン酸ポリエチレングリコール2EO、モノステア  
リン酸ポリエチレングリコール2EO、モノオレイン酸ポ  
リエチレングリコール2EOなどが挙げられる。

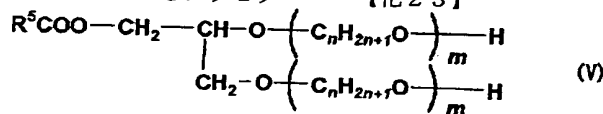
【0015】 本発明に用いられるグリセリン脂肪酸エス

テル化合物としては、式

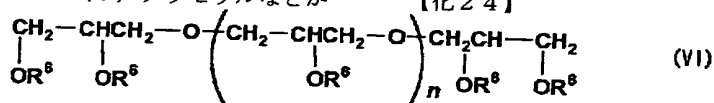
【化22】



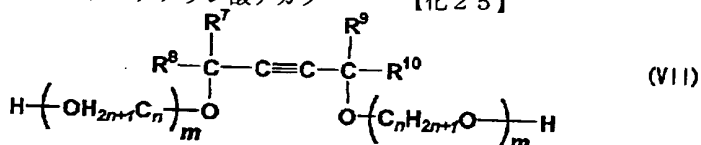
(R<sup>4</sup>は炭素数8～18であるアルキル基、アルケニル基、nは2から4、mは1から4)で表されるグリセリ



(R<sup>5</sup>は炭素数8～18であるアルキル基、アルケニル基、nは2から4、mは1から4)で表されるポリオキシアリキレングリセリン脂肪酸エステル化合物である。その具体例としてはモノステアリン酸POE(5)グリセリル、モノオレイン酸POE(5)グリセリルなどが



(R<sup>6</sup>は水素または炭素数8～18であるアシル基、nは0から8)で表されるポリグリセリン脂肪酸エステル化合物である。その具体例としてはモノステアリン酸ジグリセリル、モノオレイン酸ジグリセリル、モノイソステアリン酸ジグリセリル、モノステアリン酸テトラグリセリル、モノオレイン酸テトラグリセリル、トリステアリン酸テトラグリセリル、ペンタステアリン酸テトラグリセリル、ペンタオレイン酸テトラグリセリル、ペンタステアリン酸ヘキサグリセリル、ペンタオレイン酸ヘキサグリセリル、トリステアリン酸デカグリセリル、トリ



(R<sup>7</sup>、R<sup>8</sup>、R<sup>9</sup>、R<sup>10</sup>はアルキル基、アルキルアリール基、n=2～4、m=0～6)で表されるアセチレングリコール化合物である。その具体例としては、2, 4, 7, 9-テトラメチル-5-デシン-4, 7-ジオール-ビスポリオキシエチレンエーテル、2, 2, 3, 6, 7, 7-ヘキサメチル-4-オクチン-3, 7-ジオール-7-ジオール-ビスポリオキシエチレンエーテル、6, 9-ジメチル-7-テトラデシン-6, 9-ジオール-ビスポリオキシエチレンエーテル、7, 10-ジメチル-8-ヘキサデシン-7, 10-ジオール-ビスポリオキシエチレンエーテル、8, 11-ジメチル-9-オクタデシン-8, 11-ジオール-ビスポリオキシエチレンエーテルなどが挙げられる。

【0019】本発明に使用するカルボキシル基を有する

ン脂肪酸エステル化合物である。その具体例としてはモノミリスチン酸グリセリル、モノステアリン酸グリセリル、モノオレイン酸グリセリル、モノイソステアリン酸グリセリルなどが挙げられる。

【0016】本発明に用いられるポリオキシアリキレングリセリン脂肪酸エステル化合物としては、式

【化23】

挙げられるが、モノオレイン酸POE(5)グリセリルが好ましい。

【0017】本発明に用いられるポリグリセリン脂肪酸エステル化合物としては、式

【化24】

リセリル、ペンタオレイン酸デカグリセリル、ペンタイソステアリン酸デカグリセリル、ヘプタステアリン酸デカグリセリル、ヘプタオレイン酸デカグリセリル、ヘプタイソステアリン酸デカグリセリル、デカステアリン酸デカグリセリル、デカオレイン酸デカグリセリル、デカイソステアリン酸デカグリセリルなどが挙げられるが、トリオレイン酸デカグリセリル及びペンタオレイン酸デカグリセリルが好ましい。

【0018】本発明に用いられるアセチレングリコール化合物としては、式

【化25】

化合物には、脂肪酸、ポリオキシアリキレンモノアルキルエーテルカルボン酸化合物などがある。本発明に用いられるカルボキシル基を有する化合物は、脂肪酸としては、式

【化26】

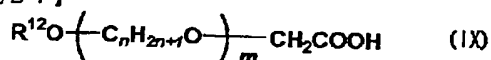


(R<sup>11</sup>は炭素数6～18であるアルキル基、アルケニル基、アルキニル基、アリール基)で表される脂肪酸である。その具体例としては、ヘキサン酸、オクタン酸、デカン酸、ラウリン酸、イソステアリン酸、オレイン酸、リノール酸などが挙げられる。

【0020】本発明に用いられるカルボキシル基を有する化合物は、ポリオキシアリキレンモノアルキルエーテルカルボン酸化合物としては、式



【化27】



(R<sup>12</sup>は炭素数1～18であるアルキル基、アルケニル基、アルキニル基、アリール基、nは2から4、mは1から7)で表されるポリオキシアルキレンモノアルキルエーテルカルボン酸化合物である。その具体例としては、POE(3)トリデシルエーテル酢酸、POE(7)トリデシルエーテル酢酸などが挙げられる。

【0021】これらのアルコール性水酸基あるいはカルボキシル基を有する化合物を単独若しくは二種類以上任意の割合で添加した遊離砥粒スラリー組成物は、異硬度材料の研磨加工によって発生する軟質材料への研磨材粒子の突き刺さり防止することが可能である。本発明に用いるこれらの研磨材粒子突き刺さり防止剤は、沸点が80℃以上、好ましくは沸点が100℃以上である。これは、蒸発速度の速い研磨材粒子突き刺さり防止剤は研磨作業中に蒸発してしまい、安定な研磨加工を困難にするからである。

【0022】また、本発明に用いるこれらの研磨材粒子突き刺さり防止剤の添加濃度は、遊離砥粒スラリー組成物に対して0.5wt%以上、好ましくは1.0wt%以上、更に好ましくは1.0～50wt%である。

【0023】本発明に用いる分散媒は、薄膜型磁気ヘッドの構成材料であるパーマロイおよびセンダストなどの金属膜が一般的に水に対して弱く腐食や錆を発生するので分散媒として非水系溶媒を用いることが望ましく、更に極性の低い非極性溶媒を用いることが望ましい。ここで、分散媒の極性とは普通に使用される意味で溶媒分子内の原子とその結合の種類、原子団および原子配列とその位置などによって分子内に生じる双極子に基づく性質である。この極性の大きさは相互作用する分子の極性によって相対的に決まるものである。溶媒の極性は、定性的にHildebrandの溶解性パラメーター(s p値)δ値で表される。このδ値が大きい程極性が大きく、小さいもの程極性は小さい。このδ値は、更に分散、極性による配向および水素結合などの分子間相互作用によっていくつか分けられるが、これらの値は、その溶媒がどのような化合物をよく溶かすかという、化合物に対する溶解の選択性を決定するものである。本発明の遊離砥粒スラリー研磨液の分散媒に適した有機溶媒は、このδ値が低いものが望ましい。これは、極性成分が増加することにより分散媒の臭気が問題になったり、分散媒自体が人体や被研磨物に対して悪影響を与えるからである。

【0024】更に本発明では、研磨加工中の研磨スラリーの蒸発を無くし、安定な研磨加工を行うために分散媒の蒸発速度が遅い溶媒が適している。これは、蒸発速度の速い分散媒は研磨作業中に分散媒が蒸発してしまい、安定な研磨加工が困難になるからである。これらのことから、本発明に用いる分散媒は、沸点が100℃以上、

より好ましくは120℃以上であり、溶解性パラメーターs p値が10.0以下、好ましくは8.0以下、相対速度が5.0以下、より好ましくは2.0以下のものが適している。これらの分散媒としては例えば、エクソン化学(株)製無臭イソパラフィン系溶媒：アイソパーシシリーズや低臭ナフテン系溶媒：EXXSOLシリーズ、モービル化学製n-パラフィン系溶媒：ホワイトレックスシリーズおよび工業用脂肪族系溶媒であるペガソール、ペガホワイト、サートレックスなどがある。

【0025】分散剤について説明する。粉体の状態から安定な分散系を作るには、固/液界面でのぬれ性が良くなければならない。ここでぬれ性とは、液体が固体表面から気体を押しのける現象を言うが、乾燥した粉体の表面には空気が強く吸着しているため、これを液体で置換する必要がある。また、ぬれ性を良くするには、固/液の化学的親和性を強めればよく、親和性は両者の極性や化学構造が近いものほど大きくなる。一般的な研磨材粒子は、その表面に水酸基などの極性官能基が存在するため親水性を示し、水のようなδ値の高い極性溶媒中ではぬれ性が良いため容易に分散させることが可能である。しかし、本発明で用いる分散媒は非極性溶媒であるため、親水性粒子である研磨材を非極性溶媒中に均一に分散させるには、粒子表面と分散媒との親和性を高めなければならない。粒子表面の疎水化処理を施す必要がある。疎水化処理の方法には、界面活性剤などの分散剤を添加する方法がある。

【0026】分散剤として界面活性剤を用いる方法は、界面活性剤が分子中に疎水性の長い炭化水素鎖と末端に強い極性基(=親水基)を持つ両親媒性物質であることを利用している。具体的には、親水性である粒子表面と界面活性剤の極性基との相互作用により疎水性である炭化水素鎖を外側に向けて吸着するため、全体的に見ると粒子の表面性は親水性から疎水性に変化し、非極性溶媒中で沈降することなく安定に存在することが可能となる。

【0027】本発明に用いられる分散剤としての界面活性剤は非極性溶媒に溶解するものでなければならない。そのような界面活性剤は、その分子骨格中に二重結合や三重結合を有するか、又は分岐が存在するものが一般的である。この様な界面活性剤としては、例えばソルビタン脂肪酸エステル系であるモノオレイン酸ソルビタン、セスキオレイン酸ソルビタン、トリオレイン酸ソルビタン、グリセリンエステル系としてはペンタオレイン酸デカグリセリル、ペンタイソステアリン酸デカグリセリル、トリオレイン酸デカグリセリル、ペンタオレイン酸ヘキサグリセリル、モノイソステアリン酸グリセリル、モノイソステアリン酸ジグリセリルなど、ポリオキシエチレンソルビット脂肪酸エステル系であるテトラオレイン酸ポリオキシエチレンソルビット、ポリエチレングリコール脂肪酸エステル系であるモノオレイン酸ポリエチ

レングリコール2EO、6EO、ポリオキシエチレンアルキルエーテル系であるPOE（2）オレイルエーテル、POE（3）2級アルキルエーテルなどがある。本発明に使用される界面活性剤濃度は、粒子に飽和吸着を起こす濃度以上であればよく、使用する研磨材粒子の表面性および界面活性剤種により変化する。これは、非極性溶媒中では水系に比べ、一層目での界面活性剤の吸着量は小さいため、界面活性剤同士が疎水-疎水相互作用を利用し二層吸着することは困難となり、水系のように界面活性剤の添加濃度と伴に表面性が変化することがないためである。

【0028】以上、分散剤として界面活性剤を用いた方法について述べたが、界面活性剤の代わりに又は共に高分子化合物を添加したりシランカップリング剤に代表される表面改質剤を使用してもよい。高分子化合物は粒子表面に吸着し、厚い吸着層を形成する。この厚い吸着層によって、粒子同士の接近を立体障害的に防止することを利用している。また表面改質剤を用いる方法では、粒子表面にある表面官能基と表面改質剤を化学反応により結合させ、粒子の表面性を親水性から疎水性へと変化させることを利用している。上記の方法に限定されず、疎水化処理を行うことにより親水性である研磨材粒子を非極性溶媒中に均一に分散させることが可能となる。

【0029】遊離砥粒スラリー組成物中の界面活性剤の含有量は0.01重量%以上、好ましくは0.05～5.0重量%である。研磨材粒子は、研磨加工一般に用いられるものであれば、特に制限されることなく使用することが出来る。具体的には、ダイヤモンド、アルミナ、シリコンカーバイド、酸化セリウム、酸化ジルコニウム、酸化ケイ素、酸化鉄などが挙げられる。薄膜型磁気ヘッドの加工には一般的に、基材がアルチックと硬質であるためにダイヤモンド研磨材粒子が用いられ、一般の粒子径は概ね1.0ミクロン以下、更に好ましくは0.5ミクロン以下のダイヤモンド研磨材粒子が用いられる。また、ダイヤモンドの結晶構造は、その製法により多結晶と単結晶が存在するが研磨の目的に合わせどちらを用いてもよい。遊離砥粒スラリーに添加されるダイヤモンド粒子の濃度は一般的には0.05～1.0重量%程度であり、これも研磨効率や研磨面品質によって調整される。

【0030】本発明の遊離砥粒スラリー組成物の製造方法は、一般的な遊離砥粒スラリーの製造方法が適用出来る。即ち、界面活性剤等を適量溶解してもよい分散媒に研磨材粒子を適量混合する。この状態において研磨材粒子表面は親水性であるために非極性溶媒中では凝集状態で存在している。そこで、凝集した研磨材粒子を一次粒子にするために分散を実施する。分散工程では一般的な分散方法および分散装置を用いることが出来る。具体的には、例えば超音波分散機、各種ビーズミル分散機、ニーダー、ボールミルなどが適用出来る。分散装置の使用

によって粒子が一次粒子まで分散され、現れた表面に界面活性剤が吸着し、ぬれ性を改善することにより凝集することなく分散安定性が良好なスラリーを調製することが可能となる。

【0031】本発明の遊離砥粒スラリー組成物を用いて研磨加工される事例としては、光ファイバーコネクタ、半導体素子、VTRヘッド、フロッピー（登録商標）ヘッドなどのような軟質材料よりなる単一材料、2以上の軟質材料部分を有する複合材料、軟質材料部分を含む硬度及び/又は表面性質の異なる異種複合材料について何でも適用出来るが、一例として次に薄膜型磁気ヘッド加工への応用例について述べる。

【0032】浮上型磁気ヘッドは一般的に以下のような工程で製造されている：

1. バーの切り出し

このバーは図1（a）に示すように多数の磁気変換素子16がマトリックス状に形成されたウエハ1を切断したものであり（図1（b））、複数のスライダが列状に配列されている。

2. バーを加工治具に接着

図2のようにバー12を加工治具13に接着固定する。

3. バーのラッピング処理

図3に示したように錫等を主材料とした研磨定盤14の上に被研磨物（バー12）を保持して定盤14を回転させ、所定の加工圧Pを加えながら、供給ノズル15から遊離砥粒スラリー等を供給しながらスライダの空気浮揚面（ABS）の研磨を行う。

4. 加工治具からバーを剥離

加工治具13からバー12を剥離する。

5. レールエッチング工程

レールエッチング処理にかける。

6. バーをスライダに切断分離

バー12を個々のスライダに切断分離する。

【0033】この工程の中で、本発明は3. バーのラッピング処理における研磨に関する。スライダのABSの一般的な研磨加工は、遊離砥粒スラリーを用いて、スロートハイトおよびMRハイトを管理しながら行われている。ここで言うスロートハイト（Throat Height：TH）とは、薄膜型磁気ヘッドの記録書き込み特性を決定する因子の一つであり、このスロートハイトは、図4のTHで表す様に、ABSから薄膜コイルを電氣的に分離する絶縁層の端部までの磁極部分の距離のことである。また、薄膜型磁気ヘッドの内、磁気抵抗再生素子を備えたものをMR-インダクティブ複合ヘッドと言い、このMR-インダクティブ複合ヘッドにおいて記録再生特性を決定する一つの因子として、磁気抵抗再生素子の高さがあり、これをMRハイト（MR-Height：MR-h）と呼んでいる。このMRハイトは、図-4のMR-hで示す様に端面がABSに露出する磁気抵抗再生素子のABSから測った距離のことである。

## 【0034】

【実施例】実施例中の表2および3に示される研磨材粒子の突き刺さり量の相対値は、研磨材粒子の突き刺さり防止剤を含まない遊離砥粒スラリー組成物による薄膜型磁気ヘッドへの研磨材粒子の突き刺さり量を100とし、それぞれの突き刺さり量はその相対値とした。また、研磨レートの相対値についても研磨材粒子の突き刺さり防止剤を含まない遊離砥粒スラリー組成物による薄膜型磁気ヘッドの研磨材量を100とし、それぞれの研磨量はその相対値とした。

## 【0035】実施例1

突き刺さり防止剤を含有する遊離砥粒スラリーの研磨特性

本実施例では、アルチック(2500)、センダスト(500)およびパーマロイ(200)によって構成される薄膜型磁気ヘッドを研磨加工する際の選択研磨防止効果について検討した(括弧内の数値はビッカース硬度を示す)。また、突き刺さり防止剤としてアルコール性水酸基を有する化合物およびカルボキシル基を有する化合物を含有しない遊離砥粒スラリー、オレイン酸メチルを添加した遊離砥粒スラリーの研磨特性を比較例とした。本実施例および比較例に用いた遊離砥粒スラリーの組成は、ダイヤモンド粒子、分散媒、界面活性剤、突き刺さり防止剤である。分散媒として非極性溶媒であるアイソパーMを用い、界面活性剤として非イオン性界面活性剤であるモノオレイン酸ソルビタン(花王(株)製、商品名:SP-O10)を用いた。表1に本実施例および比較例に用いたスラリー研磨液の組成を示す。

## 【0036】

【表1】

原 材 料	重量比(重量%)
0-0.25 $\mu$ mダイヤモンド粒子	0.1
界面活性剤(SP-O10)	1.0
研磨材粒子の突き刺さり防止剤	1.0
分散媒(アイソパーM)	97.9
合 計	100.0

【0037】研磨実験には、日本エンギス(株)製自動精密ラッピングマシンHYPREZEJ-3801N型を用いた。研磨条件はラップ盤に錫/鉛定盤、定盤回転速度60rpm、スラリー研磨液供給量を30秒間隔に3秒間噴霧、加工荷重1300g/cm<sup>2</sup>、加工時間30分間とした。金属膜部分への研磨材粒子の突き刺さり量の評価は、研磨加工後の薄膜磁気型ヘッドを走査型電子顕微鏡((株)日立製作所製、S-4500)により加速電圧4kV、倍率20000倍で測定した写真において金属膜部分に見られる黒点を数えた。研磨レートの測定は研磨前と30分間上述した研磨条件で研磨加工を行った後の被研磨物の重量変化から測定した。研磨特性の評価は研磨加工後の薄膜磁気型ヘッドのアルチック/金属膜間に発生する段差、つまりボールチップリセッション値(PTR値)を走査型プローブ顕微鏡(AFM)により求めた。スクラッチおよび面荒れの評価はAFMおよび微分干渉光学顕微鏡を用いた。

【0038】本実施例の実験結果から、アルコール性水酸基を有する化合物およびカルボキシル基を有する化合物を含む遊離砥粒スラリーを用いて研磨した薄膜型磁気ヘッドの軟質材料である金属膜部分への研磨材粒子の突き刺さり量はいずれも比較例であるオレイン酸メチルおよび無添加を用いたときよりも低くなり、硬度の異なる複合材料から構成される薄膜型磁気ヘッドをより高研磨面品位な研磨加工が可能となった。

## 【0039】

【表2】

実施例No	突き刺さり防止剤	研磨材粒子の突き刺さり量	PTR(nm)	研磨面	研磨レート
1	1-ドデカノール	0	2.70	非常に良好	138
2	POE(2)モノニルフェニルエーテル	6	3.72	"	98
3	モノオレイン酸ホリエチレングリコール2EO	12	4.15	"	92
4	モノオレイン酸グリセリル	27	4.38	良好	100
5	ヘンオレイン酸デカグリセリル	22	5.66	"	58
6	2,4,7,9-テトラメチル-5-デシノ-4,7-ジオールビスホリオキシエチレンエーテル	18	4.53	"	43
7	オレイン酸	21	5.98	非常に良好	55
8	POE(3)トリデシルエーテル酢酸	18	3.61	良好	102
比較例-1	無添加	100	10.64	スクラッチ非常に多い	100
比較例-2	オレイン酸メチル	162	2.88	良好	145

## 【0040】実施例2

## アルコール性水酸基を有する化合物添加量効果

本実施例では、アルチック(2500)、センダスト(500)およびパーマロイ(200)によって構成される薄膜型磁気ヘッドを研磨加工する際のアルコール性水酸基を有する化合物の添加量とその効果について検討した

(括弧内の数値はピッカース硬度を示す)。アルコール性水酸基を有する化合物の添加量を0~50wt%まで変化したときの研磨材粒子の金属膜への突き刺さり量およびPTR値、研磨面および相対研磨速度について評価した。本実施例の研磨実験および研磨特性の評価は本実施例1と同じである。本実施例に用いたアルコール性水

酸基を有する化合物は1-ドデカノールである。本実施例の実験結果から、0.5wt%以上で研磨材粒子の金属膜への突き刺さり量が小さくなり、複合材料である薄膜型磁気ヘッドの研磨加工における研磨材粒子の金属膜への突き刺さりを防止する効果が発現し、更に1.0wt%以上、より好ましくは1.0~30.0wt%の範囲において特に良好であった。1.0~30.0wt%以外の範囲においても無添加の比較例と比べて良好であった。本実施例および比較例の結果を表3に示す。

## 【0041】

## 【表3】

実施例No	1-ドデカノール添加量(wt%)	研磨材粒子の突き刺さり量	PTR(nm)	研磨面	研磨レート
9	0.1	41	3.01	良好	102
10	0.3	37	2.95	"	118
11	0.5	13	2.89	"	130
1	1.0	0	2.70	非常に良好	138
12	3.0	0	2.89	"	138
13	5.0	0	2.75	"	134
14	10.0	0	2.72	"	138
15	20.0	0	2.89	"	137
16	30.0	0	2.72	"	138
17	40.0	0	2.73	"	140
18	50.0	0	2.75	"	138
比較例-1	無添加	100	10.64	スクラッチ非常に多い	100

【0042】これらの実施例の結果から、アルコール性水酸基およびカルボキシル基を有する化合物を含む遊離砥粒スラリーを用いて研磨することにより、硬度の異なる複合材料の研磨加工において発生する軟質材料への研磨材粒子の突き刺さりを防止した高研磨面品位な研磨加工が可能になった。

## 【0043】実施例3

アルコール性水酸基を有する化合物を添加したスラリー中の微粒子含有率本実施例では、研磨材粒子突き刺さり防止剤としてのアルコール性水酸基を有する化合物として1-ドデカノールを添加したスラリー中の微細研磨材粒子の含有率について評価した。含有率の評価は粒度分

布測定機（コールター製、LS230）を用いた。また、突き刺さり防止剤としてアルコール性水酸基を有する化合物を含有しない遊離砥粒スラリー、オレイン酸メチルを添加した遊離砥粒スラリーの含有率を比較例とした。

【0044】本実施例および比較例に用いた遊離砥粒スラリーの組成は、本実施例1の表1と同様である。本実施例の結果から、研磨材粒子突き刺さり防止剤として1-ドデカノールを添加した遊離砥粒スラリーでは突き刺さりを引き起こす $0.05\mu\text{m}$ 以下の微粒子の含有率は無添加及びオレイン酸メチルを添加した遊離砥粒スラリーと比較して低かった。本実施例および比較例の結果を図5に示す。

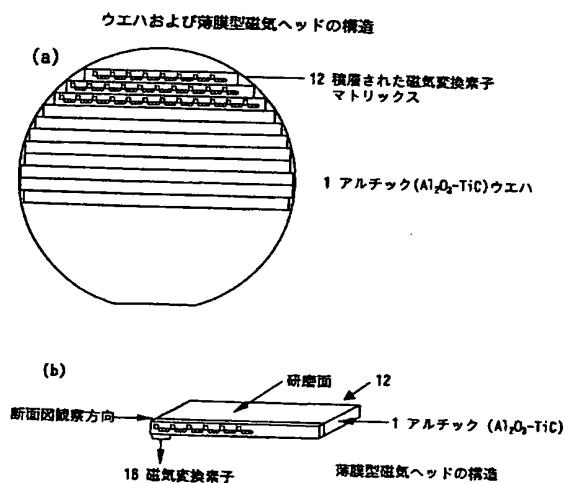
【0045】以上、本発明を薄膜型磁気ヘッドの研磨に適用した事例で説明したが、本発明はこれに限定されるものではなく、他の軟質材料部分を有する単一又は複合材料の研磨においても、要はアルコール性水酸基およびカルボキシル基を有する化合物の研磨材粒子への作用によって、軟質材料への研磨材粒子の突き刺さりを生じることなく高研磨面品位を必要とする場合に適用出来る。

#### 【図面の簡単な説明】

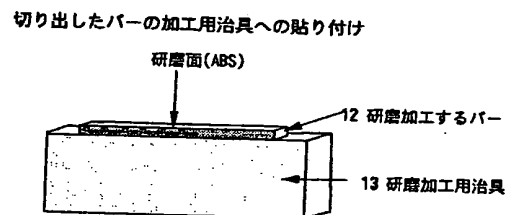
【図1】（a）は切り出し前のウエハを示し、（b）はウエハより切り出した薄膜型磁気ヘッドの構造を示す。

【図2】切り出したバーの加工用具への取付けを示す斜視図である。

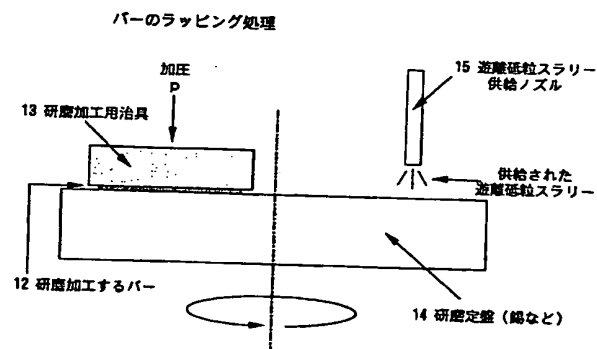
【図1】



【図2】



【図3】



【図3】遊離砥粒スラリーを用いるラッピング加工工程と、その後の本発明の研磨ラッピングオイルを使用する仕上げ研磨工程に使用する装置の概略図である。

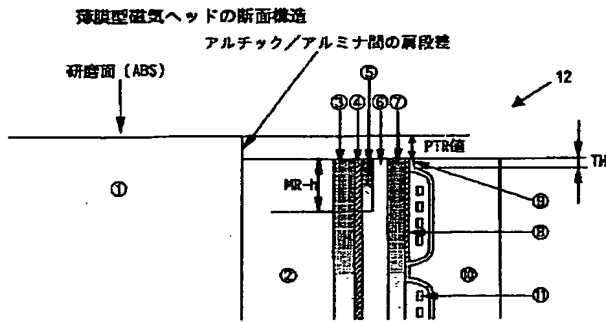
【図4】薄膜型磁気ヘッドの断面構造を示す。

【図5】研磨材粒子突き刺さり防止剤を添加した遊離砥粒スラリーで突き刺さりを引き起こす $0.05\mu\text{m}$ 以下の微粒子の含有率を、無添加及びオレイン酸メチルを添加した遊離砥粒スラリーと比較して表したグラフである。

#### 【符号の説明】

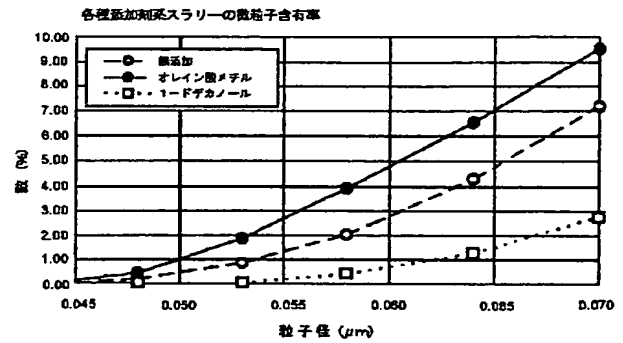
- 1 アルチック基体
- 2 アルミナ絶縁膜
- 3 下部シールド膜（センダスト、パーマロイ等）
- 4 アルミナ膜
- 5 MR素子
- 7 上部シールド膜（パーマロイ等）
- 8 アルミナ膜
- 9 書き込み磁極（パーマロイ等）
- 10 アルミナ保護膜
- 11 コイル導体
- 12 薄膜型磁気ヘッド（バー）
- 13 加工治具
- 14 研磨定盤
- 15 供給ノズル

【図4】



- ①基材 ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ・TiCなど)
- ②絶縁膜 ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ など)
- ③下部シールド膜 ( $\text{FeAlSi}$ ・ $\text{FeNi}$ など)
- ④絶縁膜 ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ など)
- ⑤MR素子
- ⑥絶縁膜 ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ など)
- ⑦上部シールド膜 ( $\text{FeNi}$ など)
- ⑧絶縁膜 ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ など)
- ⑨書き込み磁極 ( $\text{FeNi}$ など)
- ⑩保護膜 ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ など)
- ⑪コイル (Cu)

【図5】



フロントページの続き

(72)発明者 鈴木 康之

東京都台東区台東一丁目5番1号東京磁気  
印刷株式会社内

Fターム(参考) 3C058 AA07 CA01 CB01 CB06 DA02